



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **42870** (13) **U**
 (51) **МПК**
C08L 27/18 (2009.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІМЕРНОГО КОМПОЗИТНОГО МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ ПОЛІТЕТРАФТОРЕТИЛЕНУ

1

2

(21) u200901562

(22) 23.02.2009

(24) 27.07.2009

(46) 27.07.2009, Бюл.№ 14, 2009 р.

(72) БУДНИК АНАТОЛІЙ ФЕДОРОВИЧ, ІЛЬНИХ
АННА АНАТОЛІЙВНА, БУДНИК ОЛЕГ АНАТОЛІЙОВИЧ,
РУДЕНКО ПАВЛО ВОЛОДИМИРОВИЧ,
БУРМІСТР МИХАЙЛО ВАСИЛЬОВИЧ, ЮСКАЄВ
ВОЛОДИМИР БОРИСОВИЧ, ТОМАС АЛЕВТИНА
ОЛЕКСАНДРІВНА

(73) СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
(СУМДУ)

(57) Спосіб одержання полімерного композитного матеріалу на основі політетрафторетилену, армованого вуглецевим волокном, що включає змішування компонентів у сухому стані, формування заготовок під тиском та їх спікання у вільному стані, який **відрізняється** тим, що спікання проводять в режимі каскадної термічної обробки.

Корисна модель відноситься до одержання полімерних композитів на основі політетрафторетилену і може бути використана для виготовлення конструкційних матеріалів загального та антифрикційного призначення, здатних працювати при високих температурах і в хімічно активних середовищах.

Відомий спосіб одержання полімерного композиту на основі політетрафторетилену, армованого вуглецевим волокном, що включає змішування компонентів у сухому стані, формування заготовок під тиском та їх спікання, при якому температурний інтервал спікання знаходиться в межах 353...393 °С (див. Г.А. Сиренко. Антифрикционные карбопластики. Киев. «Техника» 1985, с.105).

Вадюю такого способу є те, що спікання в неперервному режимі не дозволяє релаксувати напруженням які виникли в об'ємі композиту при динамічному формуванні (пресуванні), що призводить або до розтріскування композитів, або до утворення неоднорідної структури по об'єму композита внаслідок неповної переорієнтації фрагментів макромолекул і утворення нестабільних структур. Внаслідок цього, композит отриманий за цим способом, має невисокі показники міцності при розтягуванні та зносостійкості.

Найбільш близьким аналогом - прототипом передбачуваної корисної моделі є спосіб одержання полімерного композиту на основі політетрафторетилену армованого вуглецевим волокном, що включає змішування компонентів у сухому стані, формування заготовок під тиском та їх спікання у вільному стані (див. Стандарт підприємства.

Композиции фторопластовые Ф4 УВ15, Ф4 УВ 19,5 Г 0,5, Ф4 УВ 12,5 ДМ 12,5. СТП 6-02-14-118-86. Пермь. 1986г.). У цьому способі спікання здійснюється в три етапи. Перший - сушка при (180±20) °С, другий - спікання при (385±5) °С, третій - вивантаження заготовок при (50±10) °С.

У відомому способі дискретна термічна дія на склад композиту при спіканні сприяє деякому підвищенню міцності при розтягуванні та зносостійкості композиту. Однак, відсутність фіксованого термічного часового впливу на політетрафторетилен (матрицю) та композитні фрактали без урахування термічної дії на об'єм композиту при переході через критичні для композиту точки фазових переходів, не призводить до утворення стійких фізико-хімічних зв'язків між полімером і наповнювачем та відповідних надмолекулярних структур в складі композиту при спіканні. Внаслідок цього композит, одержаний таким чином, володіє середніми значеннями міцності при розриві та зносостійкості.

В основу корисної моделі поставлене завдання збільшення міцності при розриві та зносостійкості композитного матеріалу на основі політетрафторетилену армованого вуглецевим волокном шляхом зміни операції спікання.

Поставлене завдання досягається тим, що спікання композитного матеріалу проводять згідно з корисною моделлю в режимі каскадної термічної обробки з урахуванням часу фазових переходів і критичних точок таких переходів композитного матеріалу при цьому.

(13) U

(11) 42870

(19) UA

В процесі такого термічного впливу на складові композитного матеріалу при нагріванні враховується те, що:

1) термічне розширення композиту проходить практично на протязі всього циклу нагрівання до $(380 \pm 10)^\circ\text{C}$, тому швидкість підйому температури повинна бути не більше 40°C за годину;

2) точка переходу кристалічної фази політетрафторетилену в аморфну при нагріванні від 320 до 330°C потребує часу витримки при переході не менше години в залежності від товщини заготовки;

3) термічна релаксація високо еластичних напруг, одержаних композитом в результаті формування, проходить до температури 342°C ;

4) неможливість візуального контролю за фазовими переходами при спіканні за прозорістю композиту потребує тривалості спікання не менше $1,5$ год на кожний сантиметр товщини виробу;

5) при охолодженні композиту нижче 327°C в полімерній матриці проходить утворення кристалітів. Максимальна швидкість кристалізації проходить при температурі 310°C , а швидкість охолодження в цьому температурному інтервалі дозволяє одержати ступінь кристалічності від 45 до 85% ;

6) в зв'язку з низькою теплопровідністю фторопластів швидкості охолодження композиту повинні бути $8...15^\circ\text{C}/\text{год.}$, тому охолодження після спікання повинно проходити не менше 5 год. від температури 370 до 250°C ;

7) підвищити швидкість охолодження до $50^\circ\text{C}/\text{год.}$ можна тільки після того, як температура в серединних шарах композиційної заготовки досягне нижньої температури кристалізації 288°C ;

8) після охолодження заготовки до 250°C її можна вийняти з печі, завернути в азбестову ковдру і охолоджувати до 23°C в такий спосіб;

9) одержані заготовки з композиту необхідно зберігати при 23°C не менше $2-3$ діб до використання, чи механічної обробки.

В процесі спікання матеріалу заготовки на стадії сплавляння часток полімеру і вуглецево волокнистого наповнювача в композиті закладаються хімічні, фізико-механічні, фізико-хімічні і електричні властивості майбутнього виробу. Після каскадного режиму термічного впливу на композит при спіканні, що включає поєднання нагрівання з різними швидкостями і витримки різної тривалості з повільним охолодженням, проходить позмінна почергова розорієнтація і стабілізація його структури на молекулярному рівні. При цьому відбувається орієнтація фрагментів макромолекул, що дозволяє сформувати більш однорідну надмолекулярну структуру і стабільні властивості композиту по всьому об'єму. В результаті цього міцносні характеристики та зносостійкість композиту підвищується.

Реалізація заявленого способу ілюструється таким прикладом.

Приклад.

Вуглецеве волокно отримували з тканини УТМ-8 подрібненням у ножовій дробарці МРП-1 при 7000 об./хв. протягом 5 хвилин. Волокно (15 мас. %) змішували з порошком політетрафторетилену (85 мас. %) на дробарці МРП-1 у сухому стані протягом 5 хвилин. Одержану композицію пресували в заготовку при $P_{\text{пр.}}=70$ МПа. Заготовку у вільному стані піддавали спіканню в печі з обертним по дом в такому режимі каскадної термічної обробки:

1. Нагрівання заготовки від $23 \pm 1^\circ\text{C}$ до $105 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $2,0$ годин.

2. Витримка при температурі $105 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

3. Нагрівання від $105 \pm 5^\circ\text{C}$ до $155 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $1,0$ години.

4. Витримка при температурі $155 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

5. Нагрівання від $155 \pm 5^\circ\text{C}$ до $255 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $2,0$ годин.

6. Витримка при температурі $155 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

7. Нагрівання від $255 \pm 5^\circ\text{C}$ до $325 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $1,0$ години.

8. Витримка при температурі $325 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $1,0$ години.

9. Нагрівання від $325 \pm 5^\circ\text{C}$ до $355 \pm 10^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

10. Витримка при температурі $355 \pm 10^\circ\text{C}$ протягом $3,0$ годин.

11. Нагрівання від $355 \pm 10^\circ\text{C}$ до $380 \pm 10^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

12. Витримка при температурі $380 \pm 10^\circ\text{C}$ протягом $3,0$ годин.

13. Зниження температури від $380 \pm 10^\circ\text{C}$ до $325 \pm 5^\circ\text{C}$ на протязі $5,0$ годин.

14. Зниження температури від $325 \pm 5^\circ\text{C}$ до $315 \pm 5^\circ\text{C}$ на протязі $1,0$ години.

15. Зниження температури від $315 \pm 5^\circ\text{C}$ до $285 \pm 5^\circ\text{C}$ на протязі $1,5$ годин.

16. Витримка при температурі $285 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

17. Зниження температури від $285 \pm 5^\circ\text{C}$ до $255 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $0,5$ годин.

18. Зниження температури від $255 \pm 5^\circ\text{C}$ до $105 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом $3,0$ годин.

19. Охолодження з піччю, або в азбестовій ковдрі до $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

20. Термостабілізація заготовки $2-3$ доби при нормальних умовах. Властивості фторопластових полімерних композитів одержаних за відомим способом і способом, що заявляється представлені в таблиці

Показники	Спосіб спікання	
	Відомий (прототип)	Заявлений (каскадний)
Границя міцності при розриві, МПа	19,2	23,8
Інтенсивність зношування $\cdot 10^{-7}$ мм ³ /Н·м	9,0	5,8

Результат випробувань показує, що композит виготовлений за заявленим способом перевищує

прототип за міцністю на 24% , за зносостійкістю на 55% .

Суть корисної моделі полягає в тому, що каскадний спосіб спікання фторопластового композиту з почасовою витримкою на кожній із сходин каскаду дозволяє зняти некомпенсовані напруги від формування в об'ємі композиту, забезпечуючи повне протікання структурних перетворень в об'ємі композиту при переході через характерні точки температур фазових перетворень, попереджує порушення цілісності композиту при охолодженні (розтріскування) та формування потрібного співвідношення фаз полімерної матриці. Все це до-

зволяє сформувати структуру політетрафторетиленового композиту з вуглеволокнистим наповнювачем з високою гомогенністю за об'ємом і стабільними властивостями композиту в будь-якому перерізі. Як результат, характеристики міцності та зносостійкості композита суттєво підвищуються і він з повним правом може рекомендуватися для виготовлення конструкційних матеріалів загального та антифрикційного призначення, здатних працювати при високих температурах і в хімічно активних середовищах.